



中华人民共和国国家标准

GB/T 20623—2006

建筑涂料用乳液

Emulsions for architectural coatings

2006-09-01 发布

2007-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

建筑涂料用乳液

范围

本标准规定了由丙烯酸酯类、甲基丙烯酸酯类、醋酸或其他有机酸的乙烯基酯类、苯乙烯等单体通过乳液聚合而成的以水作为分散介质的各类合成树脂乳液的要求、试验方法、检验规则、标志、包装和贮存。
本标准适用于在建筑内外墙涂料中起成膜粘结作用的通用型合成树脂乳液

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准

- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 2794—1995 胶黏剂黏度的测定
- GB 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料取样
- GB/T 9267—1988 乳胶漆用乳液最低成膜温度的测定 (eq ISO 2115:1976)
- GB/T 9750 涂料产品包装标志
- GB/T 13491—1992 涂料产品包装通则
- GB 18582—2001 室内装饰装修材料 内墙涂料中有害物质限量
- HG/T 2458—1999 涂料产品检验、运输和贮存通则

3 要求

产品应符合表1的要求。

表 1 要求

项 目	指 标
容器中状态	乳白色均匀流体，无杂质，无沉淀，不分层
不挥发物的质量分数/%	≥ 45 或商定
pH 值	商定
黏度/(mPa·s)	商定
最低成膜温度/℃	商定
冻融稳定性(3 次)	无异常
贮存稳定性	无硬块，无絮凝，无明显分层和结皮
稀释稳定性/%	≤ 上层清液 下层沉淀
机械稳定性	不破乳，无明显絮凝物
钙离子稳定性(0.5%CaCl ₂ 溶液)	48 h 无分层，无沉淀，无絮凝
残余单体总和*/%	≤ 0.10

表 1(续)

项 目	指 标
游离甲醛的质量分数/(g/kg) (限内墙涂料用乳液)	≤ 0.08
挥发性有机化合物的含量/(g/L) (限内墙涂料用乳液)	≤ 30
a 以乳液中不挥发物质量分数为 50%计。	

4 试验方法

4.1 取样

产品按 GB 3186 的规定进行取样,也可按供需双方商定的方法进行取样。取样量根据检验需要而定。样品分为两份,一份密封保存,另一份作为检验用样品。

4.2 容器中状态

打开包装容器,目视观察有无分层,借助搅棒搅拌观察有无沉淀,用搅棒将混匀后的试样在清洁的玻璃板上涂布成均匀的薄层后观察有无机械杂质。

4.3 不挥发物

在 $(150 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的鼓风烘箱内焙烘平底圆盘(直径约 75 mm)15 min,在干燥器内使其冷却至室温,称量(m_0),准确至 1 mg。以同样的精度在盘内称入受试产品(m_1)约 1 g,并确保样品均匀地分散在盘面上。如果样品黏度太高,可用水对称量后的样品进行适当稀释并搅匀。将称好试样的圆盘放入已预热到 $(150 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的鼓风烘箱内,保持 15 min。将盘移入干燥器内,冷却至室温后称量(m_2),精确到 1 mg。

不挥发物含量按式(1)计算:

$$w_{\text{NV}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w_{NV} ——乳液中不挥发物的质量分数, (%);
- m_2 ——加热后试样和圆盘的质量,单位为克(g);
- m_0 ——圆盘的质量,单位为克(g);
- m_1 ——加热前试样的质量,单位为克(g)。

平行测定两次,两次试验结果之差应不大于 1%。试验结果以两次测定值的平均值表示,精确到小数点后一位。

4.4 pH 值

将试样充分搅匀后置于容积为 50 mL 的烧杯中,用精度为 0.01 的酸度计测定试样在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 时的 pH 值。平行测定 3 次,结果以 3 次测定值的平均值表示,精确到小数点后一位。

注:如样品太稠时,也可用水(符合 GB/T 6682 三级蒸馏水)以 1:1(体积比)稀释后再进行测定。

4.5 黏度

按 GB/T 2794—1995 中旋转黏度计法进行。

4.6 最低成膜温度

按 GB/T 9267—1988 规定进行。

4.7 冻融稳定性

将 50 g 试样装入约 100 mL 的圆筒状塑料或玻璃容器中,注意不要混入气泡,盖上盖子密封。将其放入 $(-5 \pm 2)^\circ\text{C}$ 低温箱中,18 h 后取出,再在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 条件下放置 6 h。如此反复 3 次后,打开容器,用玻璃棒搅拌,观察试样有无硬块、凝聚等异常现象,如无则认为“无异常”。可借助玻璃棒将试样在玻璃板上涂布成均匀的薄层后观察有无絮凝物的存在。

4.8 贮存稳定性

将约 0.5 L 的样品装入合适的塑料或玻璃容器中,瓶内留有约 10% 的空间,密封后放入 $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$ 恒温干燥箱中,2 周后取出在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下放置 3 h,打开容器,观察有无分层、结皮、硬块及絮凝现象。可借助玻璃棒将试样在玻璃板上涂布成均匀的薄层后观察有无絮凝物的存在。

4.9 稀释稳定性

将试样用蒸馏水稀释到不挥发物为 $(3 \pm 0.5)\%$,然后将水分散液置于 100 mL 具塞量筒中,静置 72 h 后,测出上层清液的体积以及底层沉淀部分的体积。稀释稳定性分别以上层清液和底层沉淀在 100 mL 稀释液中所占的体积分数表示,结果取整数。

4.10 机械稳定性

在大约为 1 000 mL 的适宜容器(直径约 100 mm、高度约 180 mm)中称入 $(400 \pm 0.5)\text{g}$ 已过滤[孔径为 $177\ \mu\text{m}$ (80 目)的滤网]的乳液,将其放在高速分散机座上,用夹子固定,开动分散机(搅拌头为盘齿形,直径约 40 mm),调速达 2 500 r/min,分散 0.5 h,再过滤,并用自来水将容器内壁上的残留物冲至滤网中,用自来水冲洗滤网,观察乳液是否破乳及有无明显的絮凝物。

4.11 钙离子稳定性

在小烧杯中加入 30 mL 乳液,然后加入质量分数为 0.5% 的 CaCl_2 溶液 6 mL,搅匀后置于 50 mL 具塞量筒中,48 h 后观察有无分层、沉淀、絮凝等现象。可借助玻璃棒将试样在玻璃板上涂布成均匀的薄层后观察有无絮凝物的存在。

4.12 残余单体总和

按附录 A 进行。

4.13 游离甲醛

按 GB 18582—2001 中附录 B 规定进行。

4.14 挥发性有机化合物(VOC)

按 GB 18582—2001 中附录 A 规定进行。

5 检验规则

5.1 检验分类

5.1.1 产品检验分为出厂检验和型式检验。

5.1.2 出厂检验项目包括容器中状态、不挥发物、pH 值、黏度 4 项。

5.1.3 型式检验项目包括本标准所列的全部技术要求。

5.1.3.1 在正常生产情况下,冻融稳定性、贮存稳定性、稀释稳定性、机械稳定性、钙离子稳定性 5 项为 1 季度检验 1 次;残余单体总和为半年检验 1 次;最低成膜温度、游离甲醛、挥发性有机化合物 3 项为 1 年检验 1 次。

5.1.3.2 在 HG/T 2458—1993 中 3.2 规定的其他情况下亦应进行型式检验。

5.2 检验结果的判定

按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。

6 标志、包装和贮存

6.1 标志

按 GB/T 9750 的规定进行。

6.2 包装

按 GB/T 13491—1992 中二级包装要求的规定进行。

6.3 贮存

产品贮存时应保证通风、干燥,防止日光直接照射,冬季时应采取适当防冻措施。产品应根据乳液类型定出贮存期,并在包装标志上明示。

附录 A
(规范性附录)
残余单体总和的测定

A.1

样品稀释后,采用顶空进样技术,把配制好的样品注入到色谱柱中,经汽化使被测醋酸乙烯酯、丙烯腈、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸甲酯、苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸异辛酯单体与其他组份分离,用氢火焰离子化检测器检测,采用内标法定量。

A.2 适用范围

本方法适用于各类合成树脂乳液中未反应残余单体(如醋酸乙烯酯、丙烯腈、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸甲酯、苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸异辛酯)含量的测定,测量范围为 0.001%~1.0%,残余单体含量不在此范围的乳液样品经适当稀释和调整后可按此方法测定。

A.3 试剂与材料

A.3.1 除非另有规定,所用试剂至少为分析纯。

A.3.2 载气:高纯氮气,纯度 $\geq 99.999\%$;

A.3.3 燃气:高纯氢气,纯度 $\geq 99.999\%$;

A.3.4 助燃气:空气;

A.3.5 丙酮;

A.3.6 环丙基甲基酮(CPMK);

A.3.7 蒸馏水(GB/T 6682,三级水);

A.3.8 醋酸乙烯酯(VAC);

A.3.9 丙烯腈(AN);

A.3.10 丙烯酸乙酯(EA);

A.3.11 甲基丙烯酸甲酯(MMA);

A.3.12 苯乙烯(ST);

A.3.13 丙烯酸丁酯(BA);

A.3.14 丙烯酸异辛酯(2-EHA);

A.4 仪器

A.4.1 气相色谱仪:能满足分析要求并配有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪。

A.4.2 进样器:能满足分析要求的顶空进样装置。

A.4.3 色谱柱:甲基聚硅氧烷(35%三氟丙基)毛细管柱 60 m \times 0.32 mm \times 1.5 μ m。

A.4.4 分析天平:精度为 0.1 mg。

A.4.5 顶空瓶:容积为 20 mL。

注:本方法是以顶空进样器和毛细柱及 FID 检测器为基础的。任何型号的气相色谱仪、顶空进样器及性能相当或性能优越的能排除干扰峰的色谱柱均可使用,前提是一定要有足够的分离度和灵敏度。

分析条件

A.5.1 顶空条件

- A.5.1.1 恒温箱温度:130℃。
- A.5.1.2 定量管温度:150℃。
- A.5.1.3 传送线温度:170℃。
- A.5.1.4 样品平衡时间:10.0 min。
- A.5.1.5 瓶压平衡时间:0.20 min。
- A.5.1.6 定量管充满时间:0.11 min。
- A.5.1.7 定量管平衡时间:0.20 min。
- A.5.1.8 进样时间:1 min。
- A.5.1.9 定量管:2 mL。
- A.5.1.10 样品循环周期:38.0 min。

A.5.2 色谱条件

- A.5.2.1 初温 40℃,恒温 2 min,以 10℃/min 升温速率升至 100℃,恒温 2 min,再以 6℃/min 升温速率升至 200℃,保持 5 min。
- A.5.2.2 检测器温度:250℃。
- A.5.2.3 进样器温度:225℃。
- A.5.2.4 载气流速:2.6 mL/min。
- A.5.2.5 氢气流速:30 mL/min。
- A.5.2.6 空气流速:300 mL/min。
- A.5.2.7 分流比:10:1。

注:以上分析条件仅供参考,可根据所用仪器和色谱柱及样品的实际情况另外选择最佳的色谱测试条件。

试验步骤

A.6. 仪器调整

按照 A.5 给出的色谱分析条件进行参数调整,使仪器达到最佳状态。

A.6.2 校正因子测定

A.6.2.1 内标溶液

准确称取 0.05 g(精确至 0.1 mg)环丙基甲基酮(CPMK)于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。配成质量浓度为 0.1 g/100 mL 的溶液。

A.6.2.2 储液

A 液:分别称取醋酸乙烯酯、丙烯腈、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸甲酯、苯乙烯、丙烯酸丁酯、丙烯酸异辛酯试剂各 0.1 g(精确至 0.1 mg)于一个带有密封盖的 20 mL 小瓶中,准确称取 10 g 丙酮(精确至 0.1 mg)加入瓶中混合均匀,此溶液各单体的质量分数约为 1.0%。

B 液:用丙酮将 A 液继续稀释成质量分数为 0.1%的溶液。

注:如果待测样品含量低于测量范围,可将 B 液继续稀释至约 0.01%。

A.6.2.3 标准溶液

按约 1:1 的比例准确称取内标溶液(A.6.2.1)和储液 B 液混合均匀。

注:此溶液制备后只能储存 2 d。

A.6.2.4 取一滴(约 0.01 g)内标溶液(A.6.2.1)于一顶空瓶中作空白,用以检查和调整仪器的状态是否处于正常。

A.6.2.5 取一滴(约 0.01 g)标准溶液(A.6.2.3)于一顶空瓶中,用盖封好,待仪器稳定后按照 A.5 给

出的分析条件操作,记录色谱图(见图 A. 1),用式(A. 1)计算各单体的相对响应因子。

$$F_i = (m_i \times A_s) / (m_s \times A_i) \quad \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

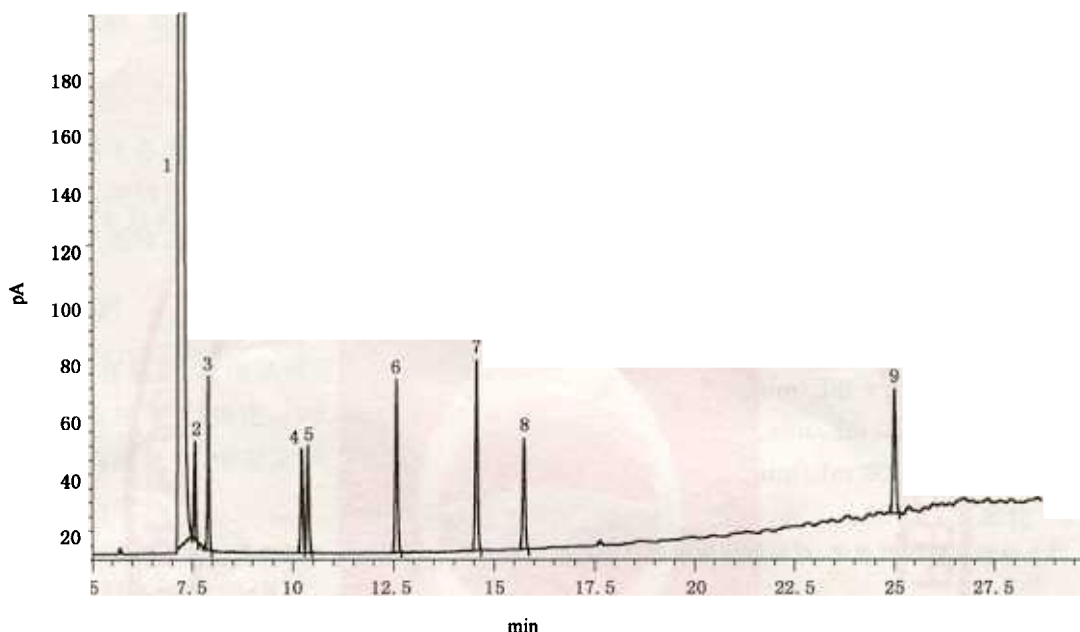
F_i ——一种残余单体的相对响应因子;

m_i ——标准溶液中 B 液所含相应单体的质量,单位为克(g);

m_s ——标准溶液中内标溶液所含内标物的质量,单位为克(g);

A_i ——相应单体的峰面积;

A_s ——内标物的峰面积。



- 1——丙酮;
- 2——醋酸乙烯酯;
- 3——丙烯腈;
- 4——丙烯酸乙酯;
- 5——甲基丙烯酸甲酯;
- 6——环丙基甲基酮;
- 7——苯乙烯;
- 8——丙烯酸丁酯;
- 9——丙烯酸异辛酯。

图 A. 1 乳液中各残余单体色谱分离图

A. 6. 3 样品测定

A. 6. 3. 1 如果样品中的单体组分是未知的,首先要按照 A. 5 的分析条件进行定性,记录色谱图,用相对保留时间来鉴别单体的存在。

A. 6. 3. 2 准确称取乳液样品和内标溶液按 1 : 1 充分混匀,然后取 1 滴混合液加入顶空瓶中用盖封好,注入色谱柱中,按照 A. 5 给出的分析条件进行测试,记录色谱图,按式(A. 2)计算乳液中各残余单体的含量。

$$w_i = [(m_s \times A_{is}) F_i / (m_a \times A_s)] \times 100 \quad \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中:

w_i ——乳液样品中一种残余单体的质量分数, (%) ;

- F_i 相应单体的相对响应因子;
- m_a 乳液样品的质量,单位为克(g);
- m_s 内标溶液中所含内标物的质量,单位为克(g);
- A_{ia} 乳液样品中相应单体的峰面积;
- A ——内标物的峰面积。

A.6.4 结果计算

A.6.4.1 按式(A.3)计算乳液中残余单体质量分数的总和。

$$w_{\text{总}} = w_{\text{VAC}} + w_{\text{AN}} + w_{\text{EA}} + w_{\text{MMA}} + w_{\text{ST}} + w_{\text{BA}} + w_{2\text{-EHA}} \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

A.6.4.2 按式(A.4)计算乳液中不挥发物为50%时残余单体质量分数的总和。

$$w = 50\% \times w_{\text{总}} / w_{\text{NV}} \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中:

- w ——乳液中不挥发物为50%时残余单体质量分数的总和;
- $w_{\text{总}}$ ——乳液中残余单体质量分数的总和;
- w_{NV} ——乳液中不挥发物的质量分数。

A.7 各单体出峰顺序及保留时间

组 份	保留时间/min
醋酸乙烯酯(VAC)	7.56
丙烯腈(AN)	7.89
丙烯酸乙酯(EA)	10.21
甲基丙烯酸甲酯(MMA)	10.37
苯乙烯(ST)	14.56
丙烯酸丁酯(BA)	15.75
丙烯酸异辛酯(2-EHA)	24.99
环丙基甲基酮(CPMK)	12.57

注: 以上保留时间仅作为参考,实际操作时可能会出现稍快或稍慢的现象,可根据色谱柱和色谱条件下所用的实际保留时间来定性所要分析的组分。

参 考 文 献

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682 1992, neq ISO 3696:1987)



GB/T 20623-2006

版权专有 侵权必究

书号:155066 • 1-28822

定价 10.00 元